

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2003-277502

(43)Date of publication of application : 02.10.2003

(51)Int.Cl.

C08G 73/10  
B29C 41/04  
C08K 3/04  
C08L 79/08  
G03G 15/00  
G03G 15/16  
// B29K 79:00  
B29L 29:00

(21)Application number : 2002-087981

(71)Applicant : NITTO DENKO CORP

(22)Date of filing : 27.03.2002

(72)Inventor : WATANABE YOSHINOBU  
FUJITA TOKIO  
KAMIBAYASHI MASAHIRO

(54) PROCESS FOR PREPARING POLYAMIC ACID SOLUTION HAVING CARBON BLACK DISPERSED THEREIN AND ELECTRICALLY SEMICONDUCTOR POLYIMIDE BELT USING IT

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a process for preparing a polyamic acid solution that has dispersed carbon black as an electrically conductive filler which is inhibited from aggregating and that is suitable for the production of an electrically semiconductor polyimide belt having a small width of variations in electrical resistivity and provide an electrically semiconductive polyimide belt produced using the polyamide acid solution. SOLUTION: In a process for preparing a polyamic acid solution having carbon black dispersed therein by dissolving a tetracarboxylic dianhydride component and a diamine component in a dispersion prepared by dispersing carbon black and polymerizing the same, the process comprises performing the viscosity adjustment by subjecting the resulting polyamic acid solution having a solution viscosity built up due to polymerization to stirring at a rotation speed of not more than 20 rpm while heating. The polyamic acid solution having carbon black dispersed therein is prepared by the above process. The electrically semiconductive polyimide belt is produced using the polyamic acid solution.

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号  
特開2003-277502  
(P 2 0 0 3 - 2 7 7 5 0 2 A)  
(43) 公開日 平成15年10月 2 日 (2003. 10. 2)

(51) Int. Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	テ-マコード	(参考)
C08G 73/10		C08G 73/10	2H171	
B29C 41/04		B29C 41/04	2H200	
C08K 3/04		C08K 3/04	4F205	
C08L 79/08		C08L 79/08	A 4J002	
G03G 15/00	550	G03G 15/00	550 4J043	
審査請求 未請求 請求項の数 4 O L (全 7 頁) 最終頁に続く				

(21) 出願番号	特願2002-87981 (P 2002-87981)	(71) 出願人	000003964 日東電工株式会社 大阪府茨木市下穂積 1 丁目 1 番 2 号
(22) 出願日	平成14年 3 月 27 日 (2002. 3. 27)	(72) 発明者	渡辺 義宣 大阪府茨木市下穂積 1 丁目 1 番 2 号 日東 電工株式会社内
		(72) 発明者	藤田 時男 大阪府茨木市下穂積 1 丁目 1 番 2 号 日東 電工株式会社内
		(74) 代理人	100092266 弁理士 鈴木 崇生 (外 3 名)
		最終頁に続く	

(54) 【発明の名称】 カーボンブラック分散ポリアミド酸溶液の製造方法およびこれを用いた半導電性ポリイミドベルト

(57) 【要約】

【課題】 導電性フィラーであるカーボンブラックの凝集が抑制され、電気抵抗値のバラツキが小さい半導電性ポリイミドベルトの製造に適するポリアミド酸溶液の製造方法及びそれにより製造される半導電性ポリイミドベルトを提供する。

【解決手段】 カーボンブラックを分散させた分散液にテトラカルボン酸二無水物成分とジアミン成分を溶解し、重合させるカーボンブラック分散ポリアミド酸溶液の製造方法において、重合により溶液粘度が上昇したポリアミド酸溶液を、加熱しながら 2 0 r p m 以下の回転速度で攪拌して粘度調整を行うことを特徴とする製造方法、前記製造方法により得られたカーボンブラック分散ポリアミド酸溶液、ならびに前記ポリアミド酸溶液を用いて得られる半導電性ポリイミドベルト。

## 【特許請求の範囲】

【請求項 1】 カーボンブラックを分散させた分散液にテトラカルボン酸二無水物成分とジアミン成分を溶解し、重合させるカーボンブラック分散ポリアミド酸溶液の製造方法において、重合により溶液粘度が上昇したポリアミド酸溶液を、加熱しながら 2 0 r p m 以下の回転速度で攪拌して粘度調整を行うことを特徴とする製造方法。

【請求項 2】 前記加熱温度が 5 0 ~ 9 0 ℃である請求項 1 に記載の製造方法。

【請求項 3】 請求項 1 または 2 に記載の製造方法により得られたカーボンブラック分散ポリアミド酸溶液。

【請求項 4】 請求項 3 に記載のカーボンブラック分散ポリアミド酸溶液を用いて得られる半導電性ポリイミドベルト。

## 【発明の詳細な説明】

## 【 0 0 0 1 】

【発明の属する技術分野】本発明は、カーボンブラック分散ポリアミド酸溶液の製造方法およびこれを用いて得られる半導電性ポリイミドベルトに関する。かかるベルトは、例えば、電子写真方式の複写機、プリンタやファクシミリ等の画像形成装置の中間転写ベルトに使用される。

## 【 0 0 0 2 】

【従来の技術】従来より、電子写真方式で像を形成記録する電子写真記録装置としては、複写機やレーザープリンタ、ビデオプリンタやファクシミリ、それらの複合機等が知られている。この種の装置では、装置寿命の向上などを目的として、感光ドラム等の像担持体にトナー等の記録剤により形成された像を印刷シート上に直接定着させる方式を回避すべく、像担持体上の像を中間転写ベルトに一旦転写（一次転写）し、それを印刷シート上に転写（二次転写）してから定着を行う中間転写方式が検討されている。また、装置の小型化等を目的に、転写ベルトに印刷シートの搬送も兼ねさせる転写ベルトを使用する方式も検討されている。

【 0 0 0 3 】このような中間転写ベルト等に用いる半導電性ベルトの一例として、特開昭 6 3 - 3 1 1 2 6 3 号公報には、ポリイミド系樹脂に導電性フィラーとしてファーネスブラック、アセチレンブラック等のカーボンブラックを分散してなる中間転写ベルトが提案されている。

## 【 0 0 0 4 】

【発明が解決しようとする課題】汎用カーボンブラックをポリイミド系樹脂に分散させた場合には、温度、湿度等の環境変化に対する電気抵抗値の変動は小さいが、カーボンブラックを均一に分散させることが非常に難しい。一般に、カーボンブラックは二次凝集を起こしやすく、凝集により導通経路が生じ、ベルト内での電気抵抗値のばらつきにつながる。そのようなベルトを電子写真

記録装置の中間転写ベルトとして用いた場合、印刷シートに転写したトナー像に転写ムラが生じるなどの問題がある。このように電気抵抗値のバラツキが中間転写に影響するのは、半導電性ベルトの帯電抑制能の不均一化や、導電抑制能の不均一化により、局所的な剥離放電や導電が生じやすくなるためと考えられる。

【 0 0 0 5 】一方、電子写真記録装置の中間転写ベルトや転写ベルトに限らず、半導電性ベルトに要求される帯電抑制能や導電抑制能は用途により程度に差があるものの、均一なものほど好ましい。

【 0 0 0 6 】また、同種のカーボンブラックを用いた場合でも、凝集を生じている場合、樹脂に対するカーボン配合量によるその抵抗値の変化が急激なものとなり、中間転写ベルトに要求される抵抗値領域での抵抗値制御が非常に困難なものとなる。

【 0 0 0 7 】本発明の目的は、導電性フィラーであるカーボンブラックの凝集が抑制され、電気抵抗値のバラツキが小さい半導電性ポリイミドベルトの製造に適するポリアミド酸溶液の製造方法およびそれにより製造される半導電性ポリイミドベルトを提供することにある。

## 【 0 0 0 8 】

【課題を解決するための手段】本発明者らは、ポリアミド酸溶液中のカーボンブラックは、上昇した溶液粘度を低下させる工程で一定条件下に凝集が大きくなることを見出し、鋭意検討を重ねた結果、以下に示す方法により前記目的を達成できることを見出し、本発明を完成するに至った。

【 0 0 0 9 】すなわち、本発明のカーボンブラック分散ポリアミド酸溶液の製造方法は、カーボンブラックを分散させた分散液にテトラカルボン酸二無水物成分とジアミン成分を溶解し、重合させるカーボンブラック分散ポリアミド酸溶液の製造方法において、重合により溶液粘度が上昇したポリアミド酸溶液を、加熱しながら 2 0 r p m 以下の回転速度で攪拌して粘度調整を行うことを特徴とする。

【 0 0 1 0 】前記加熱温度は、5 0 ~ 9 0 ℃であることが好ましい。

【 0 0 1 1 】また、本発明は、前記製造方法により得られたカーボンブラック分散ポリアミド酸溶液に関する。

【 0 0 1 2 】また、本発明は、前記カーボンブラック分散ポリアミド酸溶液を用いて得られる半導電性ポリイミドベルトに関する。

【 0 0 1 3 】【作用効果】本発明のカーボンブラック分散ポリアミド酸溶液の製造方法によると、重合により溶液粘度が上昇したポリアミド酸溶液を、加熱しながら低速度の回転数で攪拌しながら粘度調整を行うことでカーボンブラックを均一に分散したポリアミド酸溶液を容易に製造することができる。また、5 0 ~ 9 0 ℃の加熱温度とすることにより、粘度調整の時間を短縮することができる。得られたポリアミド酸溶液は、分散されたカー

ボンブラックの凝集が抑制され、かかる溶液を用いることにより、カーボンブラックの分散性が良く、電気抵抗値のバラツキが小さい半導電性ポリイミドベルトを得ることができる。

#### 【0014】

【発明の実施の形態】本発明の半導電性ポリイミドベルトは、カーボンブラックを含有するポリイミド樹脂からなる。本発明の半導電性ベルトは、電子写真記録装置の中間転写ベルトとして用いられる場合、その表面抵抗率が  $10^{10} \sim 10^{14} \Omega/\square$  であることが好ましく、 $10^{11} \sim 10^{13} \Omega/\square$  であることがより好ましい。

【0015】本発明の半導電性ポリイミドベルトを製造するには、原料として本発明のカーボンブラック分散ポリアミド酸溶液を用いる。

【0016】本発明のカーボンブラック分散ポリアミド酸溶液の製造方法は、カーボンブラックを分散させた分散液にテトラカルボン酸二無水物成分とジアミン成分を溶解し、重合させた後、重合により溶液粘度が上昇したポリアミド酸溶液を、加熱しながら  $20 \text{ rpm}$  以下の回転速度で攪拌して粘度調整を行うことを特徴とする。

【0017】前記重合反応により得られたポリアミド酸溶液は、溶液粘度が上昇するが、そのまま加熱、攪拌を続けると溶液粘度が低下する。この現象を利用して、ポリアミド酸溶液を所定の粘度に調整することができる。

【0018】攪拌に関しては、カーボンブラックの凝集を抑制するために低速回転で行う必要があり、攪拌の回転速度は  $20 \text{ rpm}$  以下であり、好ましくは  $10 \text{ rpm}$  以下、より好ましくは  $1 \sim 5 \text{ rpm}$  である。攪拌羽根は適宜公知のものを使用することができ、羽根のサイズ、形状は特に制限されるものではない。

【0019】攪拌を  $20 \text{ rpm}$  を超える高速回転で行った場合、溶液粘度低下時にカーボンブラックの凝集が発生しやすくなる。一方、攪拌を行わない ( $0 \text{ rpm}$ ) 場合、加熱のみで溶液粘度の低下は起こるが、溶液粘度のバラツキが大きくなったり、粘度調整時間が長くなり、生産性の低下につながる。

【0020】このときの加熱温度は、溶液粘度の低下を促進させるため、 $50 \sim 90^\circ\text{C}$  が好ましく、 $60 \sim 80^\circ\text{C}$  がより好ましい。

【0021】以下、本発明のカーボンブラック分散ポリアミド酸溶液の製造方法について説明する。

【0022】まず、有機極性溶媒中にカーボンブラックを分散させ、カーボンブラック分散液を作製する。

【0023】本発明に用いるカーボンブラックとしては、例えばチャンネルブラック、ファーネスブラック、ケッチェンブラック、アセチレンブラック等が挙げられ、これらは単独使用することもでき、または複数種類のカーボンブラックを併用してもよい。これらのカーボンブラックの種類は、目的とする導電性により適宜選択することができ、中間転写ベルトや転写搬送ベルト等の

中抵抗から高抵抗域 (表面抵抗率  $10^8 \sim 10^{14} \Omega/\square$ 、体積抵抗率  $10^8 \sim 10^{14} \Omega \cdot \text{cm}$ ) において制電性が必要である場合は、特にチャンネルブラックやファーネスブラックが好適に用いられ、その用途によっては酸化処理、グラフト処理等の酸化劣化を防止したものや溶媒への分散性を向上させたものを用いると好ましい。カーボンブラックの含有量については、その目的に応じ、添加するカーボンブラックの種類により適宜決定されるが、画像形成装置用機能性ベルトとしてはその機械的強度等から、ポリイミド樹脂固形分に対し  $3 \sim 40$  重量%、より好ましくは  $3 \sim 30$  重量%である。

【0024】具体的には、ファーネスブラックとして、デグサ・ヒュルス社製の「Special Black 550」、「Special Black 350」、「Special Black 250」、「Special Black 100」、「Printex 35」、「Printex 25」、三菱化学社製の「MA 7」、「MA 77」、「MA 8」、「MA 11」、「MA 100」、「MA 100R」、「MA 220」、「MA 230」、キャボット社製の「MONARCH 1300」、「MONARCH 1100」、「MONARCH 1000」、「MONARCH 900」、「MONARCH 880」、「MONARCH 800」、「MONARCH 700」、「MOGUL L」、「REGAL 400R」、「VULCAN XC-72R」等が挙げられ、チャンネルブラックとしてデグサ・ヒュルス社製の「Color Black FW200」、「Color Black FW2」、「Color Black FW18」、「Special Black 6」、「Color Black S170」、「Color Black S160」、「Special Black 5」、「Special Black 4」、「Special Black 4A」、「Printex 150T」、「Printex U」、「Printex V」、「Printex 140U」、「Printex 140V」等が挙げられる。

【0025】本発明に用いる有機極性溶媒は、カーボンブラックの分散性を高めるものであれば特に制限されないが、カーボンブラックの分散用と重合反応の溶媒用とを兼用できるN、N-ジアルキルアミド類が有用であり、例えば低分子量のものとしてN、N-ジメチルホルムアミド、N、N-ジメチルアセトアミド等が挙げられる。これらは、蒸発、置換又は拡散によりポリアミド酸及びポリアミド酸成形品から容易に除去することができる。また、上記以外の有機極性溶媒として、N、N-ジエチルホルムアミド、N、N-ジエチルアセトアミド、N、N-ジメチルメトキシアセトアミド、ジメチルスル



ホキシド、ヘキサメチルホスホルトリアミド、N-メチル-2-ピロリドン、ピリジン、テトラメチレンスルホン、ジメチルテトラメチレンスルホン等が挙げられる。これらは単独で用いてもよいし、併せて使用しても差し支えない。さらに、上記有機極性溶媒にクレゾール、フェノール、キシレノール等のフェノール類、ベンゾニトリル、ジオキサン、ブチロラクトン、キシレン、シクロヘキサン、ヘキサン、ベンゼン、トルエン等を単独でもしくは併せて混合することもできる。

【0026】本発明に用いるカーボンブラック分散液には、前記カーボンブラックと前記有機極性溶媒との親和性を高めるために分散剤をさらに添加することができる。分散剤としては、本発明の目的にかなうものであれば特に限定されないが、例えば高分子分散剤が挙げられる。高分子分散剤としては、ポリ(N-ビニル-2-ピロリドン)、ポリ(N, N'-ジエチルアクリルアミド)、ポリ(N-ビニルホルムアミド)、ポリ(N-ビニルアセトアミド)、ポリ(N-ビニルフタルアミド)、ポリ(N-ビニルコハク酸アミド)、ポリ(N-ビニル尿素)、ポリ(N-ビニルピペリドン)、ポリ(N-ビニルカプロラクタム)、ポリ(N-ビニルオキサゾリン)等が挙げられ、単独又は複数の高分子分散剤を添加することができる。また、この他に本発明の目的の範囲内で、高分子材料、界面活性剤、無機塩等の分散安定化剤を用いることもできる。

【0027】カーボンブラックの分散方法には公知の分散方法を適用でき、たとえば、ボールミル、サンドミル、バスケットミル、三本ロールミル、プラネタリーミキサー、ビーズミル、超音波分散等の方法が挙げられ、これらの分散方法を適宜選択して分散作業を行う。

【0028】カーボンブラックの分散状態を調べる方法は、特に制限されないが、例えば顕微鏡にて目視観察する方法が挙げられる。

【0029】このようにして得られたカーボンブラック分散液に、テトラカルボン酸二無水物またはその誘導体とジアミン成分を溶解、重合させてカーボンブラック分散ポリアミド酸溶液を作製する。

【0030】テトラカルボン酸二無水物成分としては、ピロメリット酸二無水物、3, 3', 4, 4'-ベンゾフェノンテトラカルボン酸二無水物、3, 3', 4, 4'-ビフェニルテトラカルボン酸二無水物、2, 3, 3', 4-ビフェニルテトラカルボン酸二無水物、2, 3, 3', 6, 7-ナフタレンテトラカルボン酸二無水物、1, 2, 5, 6-ナフタレンテトラカルボン酸二無水物、1, 4, 5, 8-ナフタレンテトラカルボン酸二無水物、2, 2'-ビス(3, 4-ジカルボキシフェニル)プロパン二無水物、ビス(3, 4-ジカルボキシフェニル)スルホン二無水物、ペリレン-3, 4, 9, 10-テトラカルボン酸二無水物、ビス(3, 4-ジカルボキシフェニル)エーテル二無水物、エチレンテトラカ

ルボン酸二無水物等が挙げられる。

【0031】ジアミン成分としては、4, 4'-ジアミノジフェニルエーテル、4, 4'-ジアミノジフェニルメタン、3, 3'-ジアミノジフェニルメタン、3, 3'-ジクロロベンジジン、4, 4'-ジアミノジフェニルスルフィド、3, 3'-ジアミノジフェニルスルホン、1, 5-ジアミノナフタレン、m-フェニレンジアミン、p-フェニレンジアミン、3, 3'-ジメチル-4, 4'-ビフェニルジアミン、ベンジジン、3, 3'-ジメチルベンジジン、3, 3'-ジメトキシベンジジン、4, 4'-ジアミノジフェニルスルホン、4, 4'-ジアミノジフェニルスルフィド、4, 4'-ジアミノジフェニルプロパン、2, 4-ビス( $\beta$ -アミノ-t-ブチル)トルエン、ビス(p- $\beta$ -アミノ-t-ブチルフェニル)エーテル、ビス(p- $\beta$ -メチル- $\delta$ -アミノフェニル)ベンゼン、ビス-p-(1, 1-ジメチル-5-アミノ-ペンチル)ベンゼン、1-イソプロピル-2, 4-m-フェニレンジアミン、m-キシリレンジアミン、p-キシリレンジアミン、ジ(p-アミノシクロヘキシル)メタン、ヘキサメチレンジアミン、ヘプタメチレンジアミン、オクタメチレンジアミン、ノナメチレンジアミン、デカメチレンジアミン、ジアミノプロピルテトラメチレン、3-メチルヘプタメチレンジアミン、4, 4-ジメチルヘプタメチレンジアミン、2, 11-ジアミノドデカン、1, 2-ビス-3-アミノプロポキシエタン、2, 2-ジメチルプロピレンジアミン、3-メトキシヘキサメチレンジアミン、2, 5-ジメチルヘプタメチレンジアミン、3-メチルヘプタメチレンジアミン、5-メチルノナメチレンジアミン、2, 11-ジアミノドデカン、2, 17-ジアミノエイコサデカン、1, 4-ジアミノシクロヘキサン、1, 10-ジアミノ-1, 10-ジメチルデカン、1, 12-ジアミノオクタデカン、2, 2-ビス[4-(4-アミノフェノキシ)フェニル]プロパン等が挙げられる。

【0032】重合反応の際のモノマー濃度(溶媒中におけるテトラカルボン酸二無水物成分とジアミン成分の濃度)は、種々の条件に応じて設定され、通常、5~30重量%程度が好ましい。また、反応温度は80℃以下、特に5~50℃に設定することが好ましく、反応時間は5~10時間程度に設定することが好ましい。ポリアミド酸溶液のポリマー成分は、本発明の目的を達成されるならば、上記のテトラカルボン酸二無水物成分及びジアミン成分を共重合したものでもブレンドしたものでも構わない。

【0033】上記の反応により得られたアミド酸溶液は、その溶液粘度が上昇するが、そのまま加熱、攪拌を行うと溶液粘度が低下する。この現象を利用して、アミド酸溶液を所定の粘度に調整することができる。このときの加熱温度は50~90℃が好ましい。また、本発明においては、カーボンブラックの凝集を抑制するために

低速回転で撹拌する必要がある。

【0034】ポリアミド酸溶液中のカーボンブラックの凝集は、粘度上昇後に加熱しながら行う粘度調整のための撹拌工程中に生じることが確認できている。凝集の程度は、高粘度時に高速回転で撹拌して粘度を低下させたもののほど凝集が大きくなる傾向がある。

【0035】したがって、前記撹拌の回転速度は、できる限り低速度で行うほどよく、20rpm以下、好ましくは10rpm以下、より好ましくは1～5rpmである。回転時間は、下記溶液粘度に達するまで行えばよい。

【0036】このように得られたカーボンブラック分散ポリアミド酸溶液の溶液粘度は、B型粘度計で1～1000Pa・S（25℃）とすることが好ましい。これ以外の場合は、遠心成形の際、均一に展開することが困難であり、ベルトの厚みバラツキが生じる原因となりうる。

【0037】前記カーボンブラック分散ポリアミド酸溶液を用いて、本発明の半導電性ベルトは次のように作製される。まず、円筒金型内に前記溶液を供給し、回転遠心成形法により金型内周面に遠心力により均一に展開する。製膜後、加熱により溶媒を除去した後、さらに300～450℃の高温で加熱することにより、閉環イミド化反応を進行させた後、金型から取り出す。この金型への加熱は均等に行う必要がある。不均等であると、溶剤蒸発時においてもカーボンブラックの凝集バラツキが発生し、ベルトの抵抗値にバラツキが生じる。均等に加熱する方法としては、金型を回転させながら加熱する、熱風の循環の改善等の方法や、低温で投入し、昇温速度を小さくするなどの方法がある。

【0038】このようにして得られた半導電性ベルトは、カーボンブラックの凝集が抑制され、電気抵抗値のバラツキが小さく、電子写真記録装置の中間転写ベルトとして使用した場合、印刷シートに転写したトナー像に転写ムラが生じることなく、良好な画像を転写することが可能になる。

【0039】

【実施例】以下、本発明の構成と効果を具体的に示す実施例等について説明する。

【0040】（実施例1）N-メチル-2-ピロリドン 786.9gにカーボンブラック（三菱化学社製MA-100）30.0gをボールミルで室温（25℃）にて12時間混合した。得られたカーボンブラック分散液に、3,3',4,4'-ビフェニルテトラカルボン酸二無水物（BPDA）133.9gとp-フェニレンジ

アミン（PDA）49.2gとを室温（25℃）にて溶解し、重合した。反応により増粘した溶液を、60℃で、回転速度5rpmにて18時間撹拌することにより150Pa・Sのカーボンブラック分散ポリアミド酸溶液を得た。

【0041】この溶液を内径180mm長さ500mmのドラム金型内周面に、ディスペンサを介して塗布し、1500rpmで10分間回転させて、厚さ400μmの均一な展開層を得た。熱風を均等に循環させた150℃の乾燥炉内で250rpmでドラム金型を回転させながら、30分間加熱した。さらに2℃/minの速度で350℃まで昇温し、そのまま30分加熱を続け、イミド化を進行させた。室温に冷却した後金型内面より剥離し、厚さ75μmの半導電性ポリイミドベルトを得た。

【0042】（比較例1）重合反応により粘度が上昇した溶液を、60℃で、回転速度100rpmにて10時間撹拌することにより165Pa・Sのカーボンブラック分散ポリアミド酸溶液を得た以外は実施例1と同様にして、厚さ75μmの半導電性ポリイミドベルトを得た。

【0043】（比較例2）N-メチル-2-ピロリドン 760.2gにカーボンブラック（三菱化学社製MA-100）23.3gをボールミルで室温にて12時間混合して得られたカーボンブラック分散液を用いた以外は比較例1と同様にして、厚さ75μmの半導電性ポリイミドベルトを得た。

【0044】（評価方法）

（1）カーボンブラックの分散状態

実施例および比較例で得られたカーボン分散ポリアミド酸溶液をN-メチル-2-ピロリドンにて100倍に希釈し、スライドガラス上に薄層状に展開した後溶剤除去した標本を調製した。前記標本を、光学顕微鏡により600倍の倍率で観察し、写真撮影した。実施例1については図1、比較例1については図2に示す。

【0045】（2）表面抵抗率

実施例および比較例で得られたポリイミドベルトについて、ハイレスタIPMCP-HT260（三菱化学社製、プローブ：HR-100）を用い、印加電圧100V、1分間の測定条件にて、25℃、60%RHでの表面抵抗率を調べた。測定は、ベルト表面の48箇所を測定し、平均値および最大値と最小値の差を常用対数値にて示した。

【0046】以上の評価結果を表1に示す。

【0047】

【表1】

		実施例1	比較例1	比較例2
カーボンブラックの分散性		良好 図1に示す	凝集大 図2に示す	比較例1と同様
表面抵抗率	平均値	11.9	8.5	11.0
$\log(\Omega/\square)$	(最大)-(最小)	0.25	0.62	0.89

表1および図1より、実施例で得られたカーボンブラック分散ポリアミド酸溶液は、カーボンブラックの二次凝集がほとんどなく均一に分散していることがわかる。また、この溶液を用いて製造された半導電性ポリイミドベ

ルトは、表面抵抗率のバラツキが小さいことがわかる。  
【0048】一方、表1および図2より、比較例で得られたカーボンブラック分散ポリアミド酸溶液は、カーボンブラックの二次凝集を起こし、分散性に劣るものであ

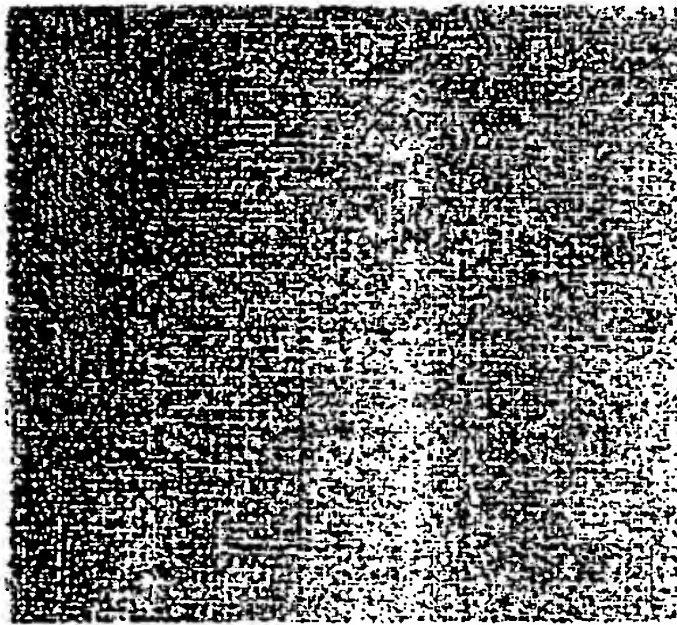
り、この溶液を用いて製造された半導電性ポリイミドベルトは、表面抵抗率のバラツキが大きいことがわかる。

【図面の簡単な説明】

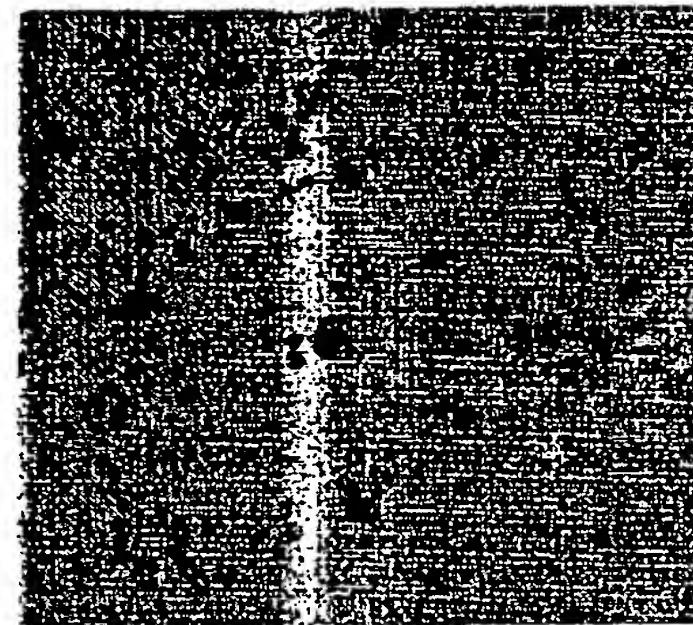
【図1】実施例1で得られたポリアミド酸溶液のカーボンブラックの分散性を示す顕微鏡写真(×600)

【図2】比較例1で得られたポリアミド酸溶液のカーボンブラックの分散性を示す顕微鏡写真(×600)

【図1】



【図2】



フロントページの続き

(51) Int. Cl.<sup>7</sup>

識別記号

F I

ターマコード(参考)

G 0 3 G 15/16

G 0 3 G 15/16

// B 2 9 K 79:00

B 2 9 K 79:00

B 2 9 L 29:00

B 2 9 L 29:00

(72) 発明者 上林 政博

大阪府茨木市下穂積1丁目1番2号 日東

電工株式会社内

F ターム(参考) 2H171 FA07 GA15 JA03 JA26 PA08  
PA14 QA24 QA29 UA03 UA07  
UA10 UA23  
2H200 JC03 JC15 JC16 JC17 LC09  
MA02 MA06 MA14 MA20 MB02  
MC10  
4F205 AA40 AB18 AG16 AH33 GA01  
GB01 GF02  
4J002 CM041 DA036 FD116 GM01  
GQ02  
4J043 PA02 PA19 QB31 RA35 SA06  
SA52 TA22 TB01 UA041  
UA121 UA122 UA131 UA132  
UA261 UA262 UB121 UB122  
UB152 UB281 UB301 UB302  
VA011 VA012 VA021 VA062  
XA16 XA19 XA34 XB01 XB33  
ZB49